 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2010年7月9日
課題番号 Project No. 2009BM0017 実験課題名 Title of experiment Nd-Fe-B系合金の水素化-不均化-脱水素-再結合(HDDR)過程にともなう構成相変化のその場中性子回折測定技術の確立 実験責任者名 Name of principal investigator 西内 武司 所属 Affiliation 日立金属株式会社 NEOMAXカンパニー 磁性材料研究所	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA/BL20 実施日 Date of Experiment 2010年5月17日

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.

Nd-Fe-B系合金粉末

- ①Nd₁₃Fe_{80.5}B_{6.5}
- ②Nd₁₃Fe_{80.5}¹¹B_{6.5}
- ③Nd₁₃Fe_{72.5}Co₈B_{6.5}

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)

Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

2.1 実験方法

測定試料は、先に示した各組成の合金を1100°Cで熱処理した後、粉碎し、53~300 μmの粒子を分級して回収することによって得た。iMATERIAでは天然存在比のBを使用しても十分な回折強度が得られることが、前回の実験(課題2008B0001)を通じて明らかになっていたが、本検討では天然存在比のBに加え、中性子の吸収が回避できる¹¹Bを使用したサンプル(②)、HDDRプロセスにおいてよく用いられるCoを添加したサンプル(③)についても測定を行なった。

粉末中性子回折にはiMATERIA(BL20)を用いた。中性子ターゲットに供給された陽子ビーム強度は約120~130 kWであった。中性子周波数は25 Hz (Single Frame 測定)、用いた検出器は背面検出バンク、測定温度は室温とし、測定時間は約1 hとした。なお、本研究の最終目的である高温その場測定では、数分単位で十分な回折強度を得る必要があることから、サンプル①に関しては、時間を5 minとした測定も行い、長時間測定の結果と比較した。

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

2.2 結果

いずれのサンプルについても 1 h測定で十分な回折強度が得られることがわかった。最大の強度となるサンプル①における 410 反射の強度を 100 としたときの、サンプル②, ③の相対強度を図 1 に示す。¹¹Bを使用する(サンプル②)と、約 2.7 倍のピーク強度が得られ、同一回折強度を得るための測定時間が約 65% 短縮できることが確認された。一方、Co を 8 mol% 添加したサンプル③の回折強度はサンプル①とほとんど変わらないことから、少なくとも 8 mol% 程度までは Co の添加量を任意に設定できることが確認された。

次に、サンプル①について、測定時間を 5 min ならびに 1 hr としたときの回折プロファイルと比較した結果を図 2 に示す。いずれのデータも入射ビームの積算強度で規格化している。測定時間 5 min のプロファイルでは S/N 比が小さいが回折強度の小さなピークも明瞭に観測できることが確認できた。

今後実施予定のその場測定においては、中性子が iMATERIA の真空槽内に設置された高温炉を通してサンプルに照射されるなどの要因により、ビームロスが生じる。しかし、本検討の結果から、少なくとも陽子ビーム出力が最大の 1MW(本実験の約 8 倍)になれば、その場測定は十分に可能であると判断される。今後、高温炉によるビームのロスを実験的に把握して、十分な回折強度を得るのに必要な陽子ビーム出力を求め、これが実現した段階で、その場測定を行なう予定である。

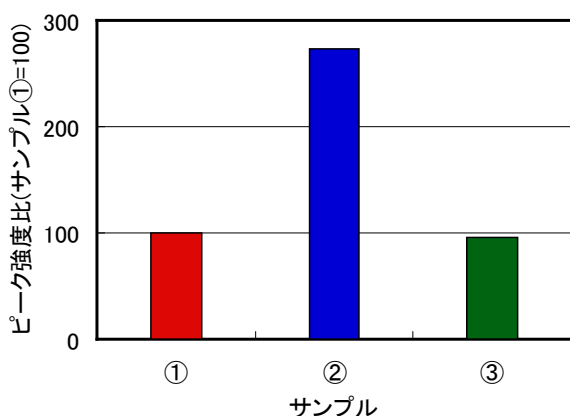


図 1 各サンプルの 410 反射におけるピーク強度比(サンプル①=100)

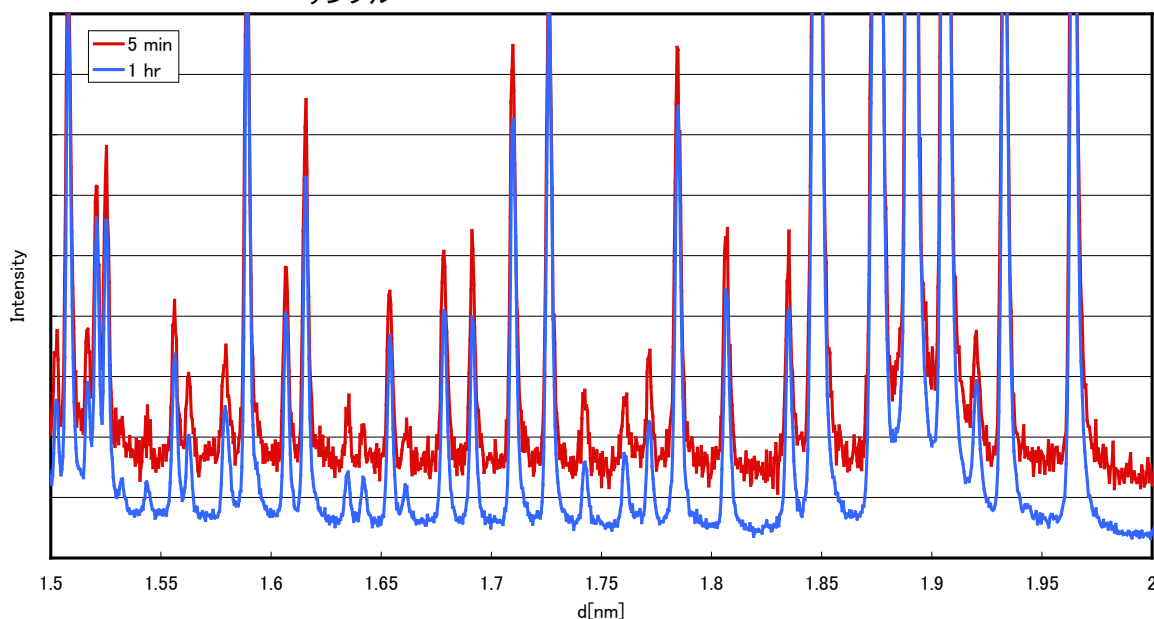


図 2 サンプル①における測定時間 5 min と 1 hr の回折プロファイルの比較